



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets

(11) Numéro de publication:

0 123 632

A1

(12)

## DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(21) Numéro de dépôt: 84420046.9

(51) Int. Cl.<sup>3</sup>: C 21 C 7/00

(22) Date de dépôt: 14.03.84

C 22 C 38/60, C 22 C 33/00

(30) Priorité: 15.03.83 FR 8304611

(71) Demandeur: VALLOUREC

7, place du Chancelier Adenauer  
F-75016 Paris(FR)

(43) Date de publication de la demande:  
31.10.84 Bulletin 84/44

(72) Inventeur: Gueussier, André  
142, rue de Courcelles  
F-75017 Paris(FR)

(84) Etats contractants désignés:  
AT BE DE GB IT LU NL SE

(72) Inventeur: Vachiery, Edmond  
66, rue de l'Abbaye  
F-59730 Solesmes(FR)

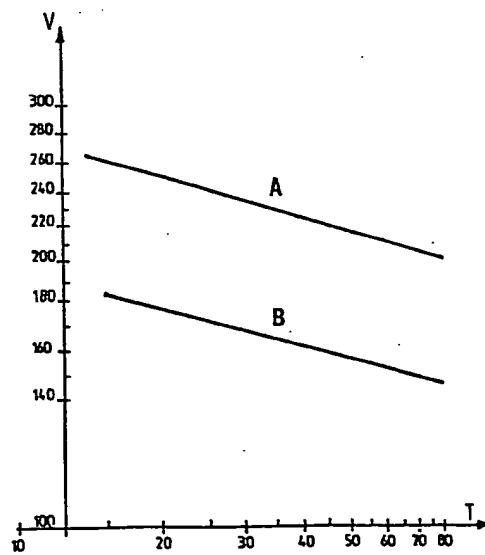
(74) Mandataire: de Passemar, Bernard et al,  
VALLOUREC 7 Place du Chancelier Adenauer  
F-75016 Paris(FR)

(54) Procédé de fabrication d'acières à haute usinabilité.

(57) L'invention concerne les procédés d'élaboration d'acières à haute usinabilité, comportant des inclusions globulaires permettant de grandes vitesses de coupe, au moyen d'outils en carbure(s).

Le procédé suivant l'invention consiste à introduire dans un acier liquide qui a été soigneusement désoxydé à l'aluminium, et désulfuré, des additions de calcium et de soufre, effectuées au moyen de fil fourré, les teneurs obtenues étant de 20 à 100 ppm de calcium et 150 à 500 ppm de soufre.

Les aciers élaborés par ce procédé présentent une aptitude particulière à l'usinage à grande vitesse au moyen d'outils de coupe en carbure(s).



BEST AVAILABLE COPY

EP 0 123 632 A1

PROCEDE DE FABRICATION D'ACIERS A HAUTE USINABILITE

Le procédé qui fait l'objet de l'invention concerne les aciers à haute usinabilité.

Il est bien connu que l'usinabilité des aciers dépend notamment de 5 la nature et de la morphologie des inclusions présentes dans le métal. Ce sont essentiellement des oxydes et des sulfures. Les oxydes ont une action défavorable sur l'outil de coupe, par contre, les sulfures peuvent jouer un rôle favorable de lubrifiant.

10 Dans le cas de l'usinage à vitesse de coupe modérée au moyen d'outils en acier à coupe rapide, ce sont les sulfures qui jouent un rôle essentiel et on utilise des aciers dont les teneurs en soufre peuvent varier de 0,07 à 0,33 %.

15 Dans le cas de l'usinage à grande vitesse de coupe au moyen d'outils en carbure(s), les hautes teneurs en soufre n'ont pas d'effet particulièrement favorable. Par contre, on a constaté que les inclusions d'oxydes sont particulièrement nocives, car elles entraînent une usure de l'outil de coupe. Il est possible de réduire la nocivité 20 de ces inclusions par des moyens connus. On peut, en particulier, en diminuer la quantité grâce à une bonne désoxydation et à une bonne décantation. On peut aussi rendre ces inclusions, généralement à base d'alumine, globulaires par l'addition d'éléments alcalino-terreux tels que le calcium, ou d'autres éléments. On peut enfin 25 s'arranger pour que ces inclusions globulaires restantes comportent une certaine quantité de soufre combiné qui en réduit la nocivité. Dans ce cas, la teneur en soufre n'est généralement pas supérieure à celle qui est habituellement présente dans l'acier, c'est-à-dire inférieure à 500 ppm (parties par million en masse), et généralement 30 de l'ordre de 150 à 500 ppm. Dans cet intervalle, on cherche souvent à viser une fourchette de teneur en soufre plus étroite, pour un usage et une nuance donnés, ce qui présente de sérieuses difficultés.

De façon plus générale, l'expérience a montré qu'il est difficile 35 d'élaborer de façon reproductible des aciers à faible teneur en inclusions, ces inclusions étant rendues peu nocives par leur forme

globulaire et par la présence de petites quantités de soufre combiné.

Ces difficultés sont dues en particulier au fait qu'il est difficile de bien contrôler les teneurs en soufre de l'acier après désoxydation, qu'il n'est pas non plus facile de contrôler avec précision les additions éventuelles de soufre effectuées à l'acier, et enfin que le rendement des additions de calcium comme agent permettant de rendre les inclusions globulaires manque de reproductibilité.

10 On a recherché la possibilité de mettre au point un procédé d'élaboration d'acières à haute usinabilité particulièrement aptes à l'usinage à grande vitesse au moyen d'outils de coupe en carbure(s), par addition de soufre et de calcium, dans des conditions permettant d'obtenir une grande efficacité de l'action combinée du calcium et  
15 du soufre ainsi qu'une excellente reproductibilité des résultats, tout en réglant la teneur en soufre à l'intérieur de fourchettes de composition étroites, cette teneur ne dépassant pas la limite supérieure de teneur en soufre couramment admise dans les aciers ne comportant pas d'addition volontaire de soufre.

20 20 On a recherché en particulier la possibilité de développer une méthode d'introduction dans l'acier liquide du calcium et du soufre, qui permette d'ajuster avec beaucoup de précision les quantités de calcium apportées à l'acier sous forme métallique, ainsi que les quantités correspondantes de soufre, afin d'obtenir du point de vue usinabilité, de façon reproductible, des résultats optimaux.

Le procédé qui fait l'objet de l'invention apporte une solution particulièrement avantageuse au problème qui se pose.

30 Il consiste à élaborer de façon conventionnelle un acier non allié, ou allié, ou inoxydable, puis à effectuer une addition d'aluminium afin d'abaisser la teneur en oxygène de l'acier au-dessous de 100ppm, à effectuer ensuite ou simultanément une désulfuration poussée par un laitier basique afin d'abaisser la teneur en soufre de l'acier au-dessous de 100 ppm, puis à effectuer, en fil fourré, des additions de calcium et de soufre afin d'atteindre dans l'acier une teneur en calcium de 20 à 100 ppm, et une teneur en soufre de 150 à 500 ppm.  
35 On effectue avantageusement le traitement par l'aluminium de façon

à obtenir une teneur résiduelle en aluminium dissout dans l'acier, comprise entre 150 et 500 ppm. La teneur en oxygène est de préférence abaissée au-dessous de 50 ppm et, de préférence également, la désulfuration est effectuée jusqu'à obtenir une teneur en soufre inférieure à 50 ppm. On peut effectuer les additions de calcium et de soufre soit de façon successive, le calcium étant introduit en premier, soit simultanément.

5 L'addition de calcium est effectuée au moyen d'un fil fourré contenant de façon avantageuse un alliage de calcium en grains ou poudre, 10 tel qu'un silico-calcium.

L'addition de soufre est effectuée au moyen d'un fil fourré contenant avantageusement de la fleur de soufre ou un sulfure.

En cas d'addition simultanée de calcium et de soufre, on peut utiliser plusieurs fils fourrés, ou un seul fil fourré contenant à la 15 fois du calcium et du soufre dans les proportions voulues.

Le procédé permet en particulier d'obtenir de façon reproductible des aciers pour lesquels l'écart entre la teneur en soufre obtenue et la teneur visée ne dépasse pas  $\pm 40$  ppm.

20 Le procédé suivant l'invention permet, grâce aux additions très précises de calcium et de soufre ainsi effectuées, d'obtenir des inclusions globulaires finement réparties qui confèrent de façon reproductible à l'acier, une haute usinabilité. Ces aciers conviennent en particulier pour l'usinage à grande vitesse au moyen d'outils de coupe en carbure(s).

De façon détaillée, le procédé suivant l'invention peut avantageusement être mis en oeuvre de la façon suivante :  
30 on élabore de façon conventionnelle un acier, tel qu'un acier allié ou non allié de type courant ;  
on effectue en fin d'élaboration, une désoxydation de cet acier au moyen d'aluminium, dont la quantité est déterminée pour obtenir une teneur résiduelle en aluminium dissout dans l'acier d'environ 150 à 35 500 ppm, cette teneur résiduelle visée étant d'autant plus forte, à l'intérieur de ces limites, que la teneur en carbone est plus faible.  
La désulfuration est ensuite effectuée par exemple au moyen d'un laitier basique qui peut être constitué par exemple par de la chaux

ou par une composition alumino-calcique. Pour permettre une désulfuration très poussée, il faut brasser le métal liquide au contact du laitier, par exemple par insufflation d'un gaz neutre à travers ce métal, ou par tout autre moyen. Les teneurs finales en soufre et 5 oxygène doivent être, de préférence, inférieures à 50 ppm pour chacun de ces éléments.

On effectue ensuite l'introduction du calcium dans l'acier liquide au moyen d'un fil fourré tel que, par exemple, celui qui est décrit dans le FR 2.476.542. Ce fil est constitué d'une enveloppe, généralement en acier doux, de quelques dixièmes de mm d'épaisseur, qui entoure l'âme qui contient le calcium à l'état divisé sous forme de métal ou d'alliage. L'introduction du fil fourré est effectuée de préférence à une vitesse relativement rapide en général de l'ordre de 1 à quelques mètres par seconde. On ajuste cette vitesse, en fonction du contenu du fil fourré en calcium par unité de longueur et de la quantité à introduire, de façon que la durée de cette introduction ne dépasse pas quelques minutes. On fait pénétrer le fil de haut en bas à travers le bain métallique, sous un angle proche de préférence de 90° par rapport à l'horizontale. Il est ainsi possible 10 de faire pénétrer le calcium très profondément dans l'acier liquide, ce qui accroît considérablement l'efficacité de l'addition. La quantité de calcium ainsi introduite dans le bain d'acier liquide, sous forme de métal ou d'alliage, est, de préférence, comprise entre 150 et 600 g/t, ce qui permet, après réduction des oxydes encore présents 15 dans le métal, l'obtention d'une teneur en calcium comprise de préférence entre 20 et 80 ppm. On homogénéise de préférence par agitation le bain d'acier liquide ainsi additionné de calcium avant l'addition de soufre. Cette dernière addition est effectuée au moyen 20 d'un fil fourré contenant soit du soufre en fleur, soit un sulfure 25 dans le métal, l'obtention d'une teneur en calcium comprise de préférence entre 20 et 80 ppm. On homogénéise de préférence par agitation le bain d'acier liquide ainsi additionné de calcium avant l'addition de soufre. Cette dernière addition est effectuée au moyen 30 d'un fil fourré contenant soit du soufre en fleur, soit un sulfure tel que le sulfure de fer ou de manganèse, sous forme pulvérulente ou granulaire. L'enveloppe est généralement en acier doux de quelques dixièmes de mm d'épaisseur, comme dans le cas de l'addition de calcium. L'introduction du soufre est effectuée comme celle du calcium à vitesse relativement grande. 35 On cherche à obtenir dans l'acier liquide, une teneur en soufre comprise entre 150 et 500 ppm. Le rendement d'introduction est en général supérieur à 90% grâce à l'utilisation de fil fourré, ce qui permet d'ajuster avec beaucoup de précision l'addition de soufre.

Dans la pratique, en effectuant des additions de fleur de soufre, on peut admettre un rendement de l'ordre de 95%.

Après introduction du soufre, l'acier est coulé soit en lingots, soit au moyen d'une installation de coulée continue. On doit prendre le 5 maximum de précautions pour éviter la réoxydation des jets d'acier liquide au cours de cette opération de coulée.

Les exemples ci-après décrivent de façon non limitative deux modes d'élaboration d'un acier à haute usinabilité par le procédé suivant 10 l'invention :

Exemple 1 :

On se propose d'appliquer le procédé suivant l'invention à la préparation d'un acier correspondant à la norme AISI 1045 et contenant en % en masse :

15           C 0,42 à 0,48  
        Si 0,15 à 0,30  
        Mn 0,60 à 0,90  
        S 0,018 à 0,025

1°) Elaboration de l'acier par des modes habituels dans un four à 20 arc de 80 t, à partir de ferrailles, avec fusion oxydante, soufflage d'oxygène, déphosphoration, décrassage et recarburation.

2°) Coulée du métal en poche magnésie, une partie du manganèse pouvant être ajoutée dans la poche sous forme de ferro-manganèse. Désoxydation par addition d'aluminium dans le jet de coulée (1,5 kg/t soit 120 kg). Mise en place sur le métal d'un laitier de chaux (8kg/t de poudre de chaux anhydre, soit 640 kg).

Dès le début de la coulée, brassage du métal par insufflation d'argon. Prise d'un échantillon d'acier 1 minute après la fin de la coulée. La composition de l'acier est alors en % en masse :

C = 0,40 ; Si = 0,12 ; Mn = 0,61 ;  
     en ppm : Al = 520 ; S = 100.

3°) Brassage du métal par l'argon pendant 20 minutes. Réglage de la 35 composition par addition de fonte et ferro manganèse.

On obtient alors la composition suivante, en % en masse :

C = 0,44 ; Si = 0,11 ; Mn = 0,72  
     en ppm : Al = 250 ; S = 40 ; O<sub>2</sub> = 25

4°) Introduction dans le métal d'un fil fourré contenant 180 g au mètre de silico-calcium à 31% en masse de calcium. Ce fil est introduit à la vitesse de 120 m/minute, soit 6,7 kg/minute de calcium pendant 3 minutes, soit une addition de 0,25 kg de calcium par tonne

5 d'acier liquide.

On maintient un brassage léger de l'acier liquide par l'argon pendant 3 minutes, après la fin de l'injection.

Un échantillon prélevé après ces 3 minutes a la composition suivante :

10 en % en masse C = 0,45 ; Si = 0,18 ; Mn = 0,73 ;  
en ppm Al = 230 ; O<sub>2</sub> = 20 ; S = 30 ; Ca = 40

15 5°) Resulfuration par injection dans l'acier, après les 3 minutes de brassage léger suivant l'addition de calcium, d'un fil fourré contenant 135 g au mètre de fleur de soufre. La vitesse d'injection est de 90 m/minute et l'introduction de soufre dure 1 minute et 20 secondes ; soit une addition totale de 16,2 kg de soufre ou 200 ppm.

20 6°) Le métal est coulé en ronds de 223 mm de diamètre par coulée continue rotative, en passant préalablement dans un répartiteur comportant un revêtement basique. La composition finale du produit coulé est la suivante :

en % en masse : C = 0,45 ; Si = 0,17 ; Mn = 0,72  
en ppm : Al = 220 ; O<sub>2</sub> = 30 ; S = 220 ; Ca = 36

25

7°) Ces ronds sont laminés en tubes mécaniques de 180 mm de diamètre extérieur et de 20 mm d'épaisseur.  
Les tubes ainsi obtenus présentent une usinabilité, au moyen d'outils de coupe en carbure(s), très supérieure à celle des aciers courants  
30 de même composition.

Ce gain d'usinabilité est illustré dans la figure unique qui compare, pour la même analyse de référence indiquée plus haut (norme AISI 1045), :

35

- un acier A élaboré selon la procédure qui vient d'être décrite ;

- un acier B élaboré normalement dans le même four à arc de 80t avec

des matières premières analogues mais n'ayant été ni resulfuré, ni traité par le calcium au moyen de fil fourré. La teneur en S de 0,018/0,025% a été obtenue directement par brassage modéré et de plus courte durée avec un laitier moins riche en chaux (300Kg de chaux ajoutée en poche après coulée en poche au lieu de 640 Kg).

5.

On a figuré en abscisse selon l'axe T la durée en minutes pour une usure frontale d'outils de 0,4 mm et en ordonné selon l'axe V la vitesse de coupe en mètres par minute.

10.

Les courbes A et B de la figure unique donnent ainsi pour chaque acier correspondant à l'état normalisé la vitesse de coupe en mètres par minute qui permet une durée de coupe déterminée correspondant à une usure frontale de l'outil de 0,4 mm. Il s'agit d'un essai de chariotage réalisée à sec avec un outil carbure ISO-P30, l'avance étant de 0,4 mm par tour et la profondeur de passe de 2 mm.

15.

Plus la vitesse de coupe est élevée pour une durée de vie donnée, plus grande est l'usinabilité de l'acier.

20.

On mesure ainsi l'efficacité de la technique d'élaboration proposée.

Exemple 2 :

25. Le même acier que dans l'exemple 1 est élaboré dans des conditions similaires, mais en effectuant les additions finales de calcium et de soufre à l'aide d'un fil fourré contenant un mélange de fleur de soufre et de silico-calcium à 30% en masse de calcium.

30. Ce mélange contient 20% de soufre et 80% de silico-calcium. Ce fil fourré pèse 170g au mètre. Il est introduit à 120 m par minute pendant 4 minutes en donnant des résultats similaires à ceux de l'exemple 1.

REVENDICATIONS

1. Procédé de préparation d'un acier à haute usinabilité dans lequel on élabore par fusion de façon conventionnelle, un acier non allié ou allié ou inoxydable, caractérisé en ce que, après élaboration de l'acier de façon conventionnelle, on effectue une addition d'aluminium afin d'abaisser la teneur en oxygène de l'acier au-dessous de 100 ppm et une désulfuration poussée par un laitier basique afin d'abaisser la teneur en soufre de l'acier au-dessous de 100 ppm, puis en ce qu'on effectue, en fil fourré, des additions de calcium et de soufre afin d'atteindre dans l'acier une teneur en calcium de 20 à 100 ppm et une teneur en soufre de 150 à 500 ppm.
2. Procédé suivant revendication 1, caractérisé en ce que l'addition d'aluminium est effectuée de façon que la teneur résiduelle de l'acier en aluminium dissout soit comprise entre 150 et 500 ppm.
3. Procédé suivant revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que la désoxydation est effectuée de façon à abaisser la teneur en oxygène de l'acier au-dessous de 50 ppm.
4. Procédé suivant l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que la désulfuration est effectuée de façon à abaisser la teneur en soufre de l'acier au-dessous de 50 ppm.
5. Procédé suivant l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que les additions de calcium et de soufre sont effectuées successivement, l'addition de calcium étant faite en premier.
6. Procédé suivant revendication 5, caractérisé en ce que l'addition de calcium est effectuée au moyen de fil fourré contenant un alliage à base de calcium en grains tel qu'un silico calcium.
7. Procédé suivant revendication 5 ou 6, caractérisé en ce que l'addition de soufre est effectuée au moyen de fil fourré contenant du soufre en fleur ou un sulfure.
8. Procédé suivant l'une des revendications 1 à 4, 6 ou 7,

-9-

caractérisé en ce que l'on effectue simultanément l'addition de calcium et de soufre au moyen d'au moins un fil fourré.

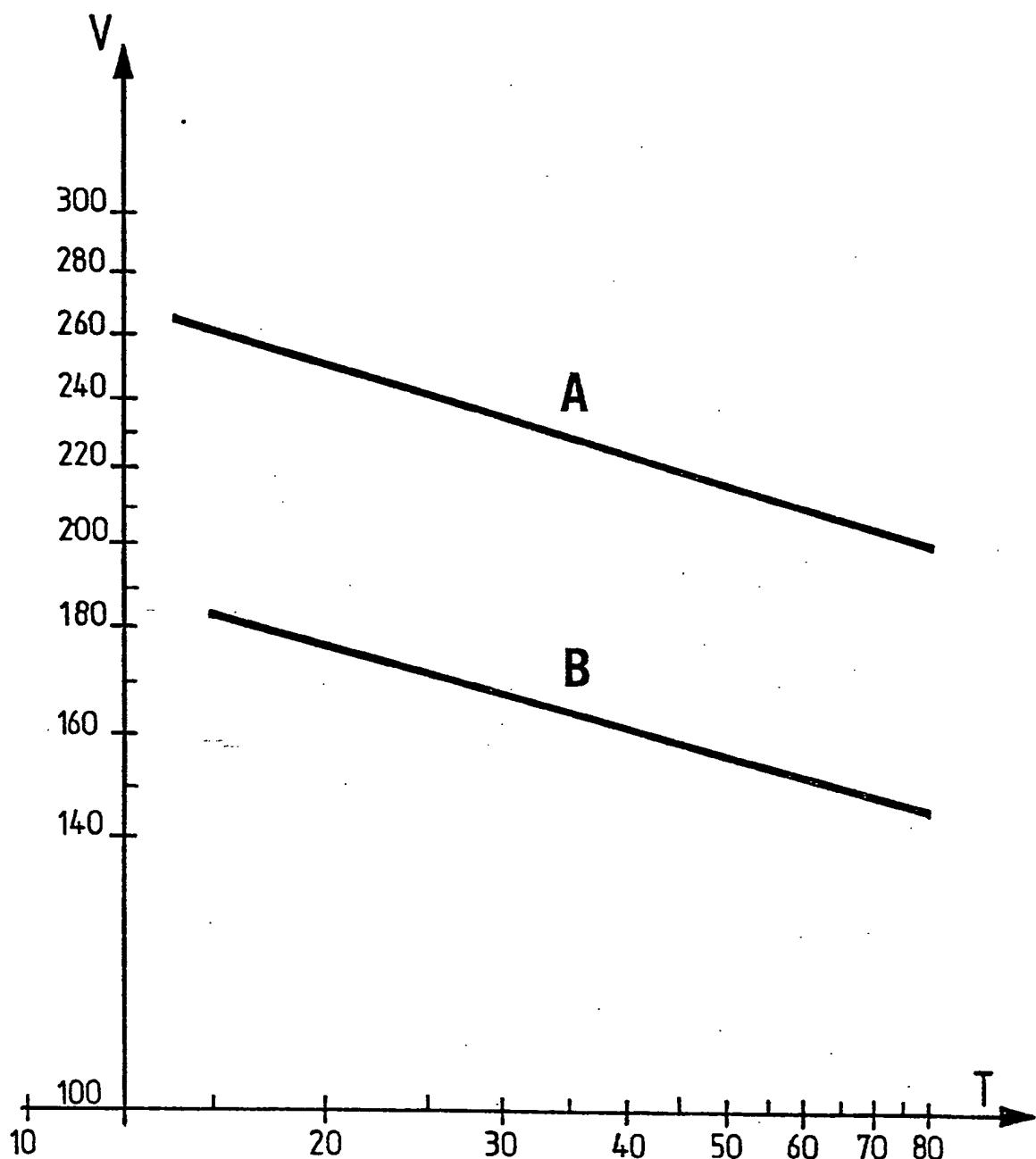
9. Procédé suivant l'une des revendications 1 à 8, caractérisé en 5 ce que l'addition de soufre est comprise entre 150 et 300 ppm.

10. Procédé suivant l'une des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que on ajuste la teneur en soufre, à l'intérieur du domaine compris entre 150 et 500 ppm, avec une précision telle que l'écart 10 entre la teneur obtenue et la teneur visée ne dépasse pas  $\pm 40$  ppm.

11. Procédé suivant l'une des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que les phases d'abaissement de la teneur en oxygène, de désulfuration, d'addition de calcium et de soufre sont réalisées en 15 poche.

12. Procédé suivant l'une des revendications 1 à 11, caractérisé en ce que le métal est coulé par coulée continue.

# Figure unique





| DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS   |  | Revendication concernée  | CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl. 3)       |
|---|--|--|---|
| Catégorie   | Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes  |  |   |
| A   | FR-A-2 408 661 (BRITISH STEEL)<br>* Figure 2; revendications 1-7,9<br>*  | 1  | C 21 C 7/00<br>C 22 C 38/60<br>C 22 C 33/00 |
| A   | ---<br>EP-A-0 034 994 (VALLOUREC)<br>* Abrégé; revendications 1,8 *  | 1  |   |
| A   | ---<br>METALS ABSTRACTS, vol. 12, juin 1979, page 125, résumé no. 45-0249, Londres, GB; T. FUGIWARA et al.: "Development of calcium deoxidized free-machining steels" & RESEARCH AND DEVELOPMENT IN JAPAN, 1978, Tokyo, JP | 1  |   |
| A   | ---<br>US-A-4 035 892 (OTOTANI et al.)<br>* Abrégé; revendications *   | 1  | DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl. 3) |
| A   | ---<br>US-A-4 373 967 (ROPER Jr. et al.)   |  | C 21 C<br>C 22 C                            |
| A   | ---<br>US-A-4 235 007 (KENKICHI et al.)  |  |   |
| A   | ---<br>REVUE DE METALLURGIE, vol. 74, no. 12, décembre 1977, pages 673-683, Paris, FR; J.C. BRUNET et al.: "Aciers de construction au calcium à usinabilité améliorée"   |  |   |
| Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications               |  |  |   |
| Lieu de la recherche<br><b>LA HAYE</b>  | Date d'achèvement de la recherche<br><b>22-06-1984</b>   | Examinateur<br><b>OBERWALLENEY R.P.L.I</b>   |   |
| CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES   |  | T : théorie ou principe à la base de l'invention<br>E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date<br>D : cité dans la demande<br>L : cité pour d'autres raisons |   |
| X : particulièrement pertinent à lui seul   |  | T : théorie ou principe à la base de l'invention<br>E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date<br>D : cité dans la demande<br>L : cité pour d'autres raisons |   |
| Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie |  | T : théorie ou principe à la base de l'invention<br>E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date<br>D : cité dans la demande<br>L : cité pour d'autres raisons |   |
| A : arrière-plan technologique  |  | T : théorie ou principe à la base de l'invention<br>E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date<br>D : cité dans la demande<br>L : cité pour d'autres raisons |   |
| O : divulgation non-écrite  |  | T : théorie ou principe à la base de l'invention<br>E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date<br>D : cité dans la demande<br>L : cité pour d'autres raisons |   |
| P : document intercalaire   |  | T : théorie ou principe à la base de l'invention<br>E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date<br>D : cité dans la demande<br>L : cité pour d'autres raisons |   |
| & : membre de la même famille, document correspondant                                     |  | & : membre de la même famille, document correspondant  |   |

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT OR DRAWING
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- GRAY SCALE DOCUMENTS
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**